



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510011684.6

[43] 公开日 2005 年 12 月 28 日

[11] 公开号 CN 1712571A

[22] 申请日 2005.5.8

[21] 申请号 200510011684.6

[71] 申请人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路 30 号

[72] 发明人 朱鸿民 焦树强 顾学范

[74] 专利代理机构 北京科大华谊专利代理事务所

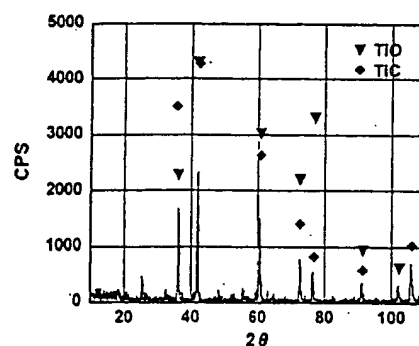
代理人 刘月娥

权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 4 页

[54] 发明名称 一氧化钛/碳化钛可溶性固溶体阳极
电解生产纯钛的方法

[57] 摘要

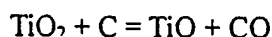
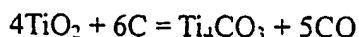
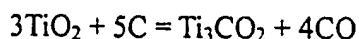
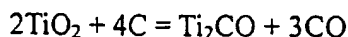
本发明提供一种具有金属导电性的固溶体阳极 $\text{TiO} \cdot m\text{TiC}$ 直接电解制备纯钛的方法, 以碳和二氧化钛或者以碳化钛和二氧化钛为原料, 按化学反应计量混合为粉末, 然后压制成型, 在 $600^\circ\text{C} \sim 1600^\circ\text{C}$ 的温度范围内真空反应制成具有金属导电性的 $\text{TiO} \cdot m\text{TiC}$ 阳极。以碱金属或碱土金属的卤化物熔盐为电解液, 在 $400^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ 温度下电解; 电解过程中阳极所含的碳和氧形成碳氧化物气体 CO , CO_2 或氧气放出, 同时钛以低价离子形式进入熔盐并在阴极沉积得到纯钛。本发明的优点在于: 该电解过程连续进行, 并且无阳极泥产生, 工艺简单。



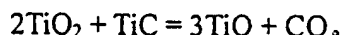
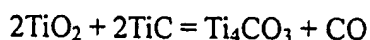
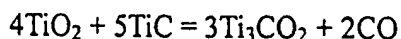
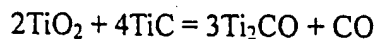
ISSN 1008-4274

1、一种一氧化钛/碳化钛可溶性固溶体阳极电解生产纯钛的方法，其特征在于：以碳和二氧化钛或者以碳化钛和二氧化钛为原料，按化学反应计量混合为粉末，然后压制成型，在 $600^{\circ}\text{C}\sim 1600^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内真空反应制成具有金属导电性能的 $\text{TiO} \cdot m\text{TiC}$ 阳极，其中 $0 \leq m \leq 1$ ；以碱金属或碱土金属的卤化物熔盐为电解液，在 $400^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 温度下电解；电解过程中阳极所含的碳和氧形成碳氧化物气体 CO 、 CO_2 或氧气放出，同时钛以低价离子形式进入熔盐并在阴极沉积得到纯钛；电解完成后将阴极产物除下，用去离子水 5~8 次清洗出去来自电解液的氯化物；该电解过程连续进行，并且无阳极泥产生。

2、如权利要求 1 所述的方法，其特征在于：以碳和二氧化钛或者以碳化钛和二氧化钛为原料分别按如下反应的化学计量比将原料均匀混合：



或



3、如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于：以化学反应计量的碳和 TiO_2 为原料，以 $100 \text{ kg/cm}^2 \sim 1000 \text{ kg/cm}^2$ 的压力成型。

4、如权利要求 1 或 3 所述的方法，其特征在于：成型压力为 $600 \text{ kg/cm}^2 \sim 1000 \text{ kg/cm}^2$ 。

5、如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于：以化学反应计量的 TiC 和 TiO_2 为原料，以 $100 \text{ kg/cm}^2 \sim 1000 \text{ kg/cm}^2$ 的压力成型。

6、如权利要求 1 或 5 所述的方法，其特征在于：成型压力为 $600 \text{ kg/cm}^2 \sim 1000 \text{ kg/cm}^2$ 。

7、如权利要求 1 所述的方法，其特征在于：所述的碱金属或碱土金属的卤化物熔盐为氟化物或氯化物。

8、如权利要求 1 所述的方法，其特征在于：以 $\text{TiO} \cdot m\text{TiC}$ 为阳极，选择一种金属材料作为阴极，所述的金属材料为钛、碳钢或镍。

9、如权利要求 1 所述的方法，其特征在于：用熔盐作为电解液与电极组成电解池，电解时的电流密度范围分别为：阳极为 $0.05 \text{ A/cm}^2 \sim 1.00 \text{ A/cm}^2$ ，阴极为 $0.10 \text{ A/cm}^2 \sim 1.00 \text{ A/cm}^2$ 。

10、如权利要求 1 或 9 所述的方法，其特征在于：电解时的电流密度范围分别为：阳极为 $0.20 \text{ A/cm}^2 \sim 0.5 \text{ A/cm}^2$ ；阴极为 $0.10 \text{ A/cm}^2 \sim 0.4 \text{ A/cm}^2$ 。

一氧化钛/碳化钛可溶性固溶体阳极电解生产纯钛的方法

技术领域

本发明属于电解法生产纯钛技术领域，特别是提供了一种一氧化钛/碳化钛可溶性固溶体阳极电解生产纯钛的方法。将可溶性阳极 $\text{TiO} \cdot m\text{TiC}$ （其中 $0 \leq m \leq 1$ ）在碱金属和/或碱土金属卤化物熔盐中直接电解制备纯钛，在该方法中，阳极所含碳和氧以碳氧化物气体（ CO ， CO_2 ）或氧气的形式放出，钛以低价离子形式溶进熔盐并在阴极沉积得到纯钛。采用该方法可以在不出现阳极泥的前提下完成连续性电解生产纯钛的工艺流程，将大幅度降低钛的金属的生产成本。

背景技术

金属钛具有非常优异的物理、化学性能，其密度比钢小 43%，比强度高、熔点高、耐高温腐蚀且无毒害。目前，钛已经成为优异的轻型结构材料、新型功能材料和重要的生物医用材料。钛已经被广泛的应用于航空航天、军工及化工、船舶、汽车、体育器材、医疗器械、建筑等民用领域。其已经被誉为“未来金属”、“第三金属”。然而，钛的价格大大限制了钛的利用，尽管钛在地壳中的储量丰富（0.44%，在所有金属元素中排列第 8，仅次于镁的 2.0%），但是由于钛的现行冶金过程繁琐，使其价格无法降低。

目前金属钛的主流生产工艺为 Kroll 法，生产得到的海绵钛可用电子束熔炼提纯。Kroll 法生产金属钛过程首先是将二氧化钛通过加碳氯化制取四氯化钛（ TiCl_4 ），然后用金属镁通过热还原获得海绵钛，而金属镁则是通过电解氯化镁来获取，电解所得的氯气又用于氯化钛的制取，所以整个生产过程包括氯化镁电解、氧化钛氯化、以及镁热还原三个主要部分，步骤繁琐、能源消耗大，而且核心的镁热还原步骤是间歇式操作，生产效益非常低，由于这些原因造成了金属钛的价格昂贵，以此方法生产的海绵钛的价格约为 5.6~10.0 US\$/kg，其价格远高于钢铁的价格，单位重量价格也是金属铝的 3 倍以上。

为了降低海绵钛的价格，在过去的近 70 年中，世界各国的冶金学家们多方位寻求新的低成本纯钛冶炼工艺，其中包括化学热还原，电解等方法。

研究过的钛电解方法主要有， TiCl_4 电解和钛氧化物电解（文献：M. V. Ginatta. Process for the electrolytic production of metals [P]. US6074545, 2000; M. V. Ginatta, G. Orsello, R. Berruti. Method and cell for the electrolytic production of a polyvalent metal [P]. US5015342, 1991; 倪福生, 陆庆桃, 陈世官. LiCl-NaCl-KCl 体系中钛与低价氯化物之间的平衡. 稀有金属, 11(1984): 23-28; 杜继红, 祁和述. Ti(IV) 在氯化物熔体中的电化学还原. 稀有金属材料与工程, 27 (1998): 165-168.）。

由于 TiCl_4 是共价键分子，在融盐中的溶解度较低，难以满足工业化生产的需要。另外钛是典型的过渡族金属元素，钛离子在阴极的不完全放电以及不同价态离子在阴、阳极之间的迁移可以降低电解过程的电流效率。

本世纪初期,英国剑桥大学以 D. J. Fray 为首的研究小组提出了一种以 TiO_2 为原料在熔融氯化钙中阴极脱氧生产海绵钛的新工艺 (文献: G. Z. Chen, D. J. Fray, T. W. Farthing. Direct electrochemical reduction of titanium dioxide to titanium in molten calcium chloride. *Nature*, 407 (2000): 361-364)。该方法的预算成本比 Kroll 法低,且被认为无毒。由此,氧化物电解直接生产海绵钛成为钛金属冶炼的研究热点 (文献: G. Z. Chen, D. J. Fray, T. W. Farthing. Direct electrochemical reduction of titanium dioxide to titanium in molten calcium chloride. *Nature*, 407 (2000): 361-364; D.J. Fray. Emerging molten salt technologies for metals production. *JOM*, 53 (2001): 26-31; G. Z. Chen, D. J. Fray. Electro-deoxidation of metal oxides. *Light Metals*, 2001: 1147-1151)。但最近关于 FFC 工艺的研究证明该法生产海绵钛存在以下问题:

- (1) 采用氧溶解能力较高的 CaCl_2 融盐体系使得生成的海绵钛氧含量过高,要降低氧含量必须进行过量电解,这又造成了电流效率极低;
- (2) 原料阴极准备很不方便, TiO_2 是半导体,电解初期必须由其它金属材料承担电极的导通,如原料阴极太大自然会造成很大的电压降,并阻碍电极过程的进行;
- (3) 氧离子固相扩散速率太慢造成极化使阴极的电流密度很低,并且随着电解的进行电极面积逐渐变化,即使以恒电势的方式进行电解电流也会随着 TiO_2 被还原量的增加而增加,因此在工业生产上很难实现稳定的电解;
- (4) 由于原料 TiO_2 和产物金属钛为同一阴极,整个工艺只能是间歇式的,也就是说即使电解成功也只能在结束一个阴极电解之后将电极取出,替换另一个 TiO_2 电极后再电解。
- (5) 产物金属钛是原料 TiO_2 逐步还原所得,原料中绝大部分杂质将会进入到产物金属钛中。要获得高纯度的金属就必须用高纯度的原料 TiO_2 。然而,生产高纯度 TiO_2 成本并不低,这就会带来整个过程生产成本的提高。

所以 FFC 工艺的工业化的可能性仍然有待讨论,只有在解决了以上的问题之后才有可能实用化,而现实上又很难看到在本质上解决这些问题的途径 (M. F. Liu, Z. C. Guo, W. C. Lu. An investigation into electrochemical reduction of TiO_2 pellet.

Transaction of the institute of mining and metallurgy, section C. In press)。

日本研究人员岗部 (Okabe) 和小野 (Ono) 等同样用熔融氯化钙作为电解质电解获得了金属钛 (文献: T. H. Okabe, M. Nakamura, T. Oishi et al. Electrochemical deoxidation of titanium. *Met. Trans.*, 24B (1993): 449-455; K. Ono, R.O. Suzuki. a new concept for producing Ti sponge: calciothermic reduction. *JOM*, 54 (2002)(2): 59-61), 所不同的是他们没用将原料 TiO_2 和阴极直接接触,因此他们认为是通过电解获得金属钙之后再还原得到金属钛的,该方法是电解和热还原的一种组合,这一方法省去了 FFC 法中准备 TiO_2 阴极的步骤,但存在着如何将阴极产物的金属钙和原料的 TiO_2 合理混合以及提取产物钛等问题;而 FFC 法的其他部分的问题同样还是在此方法中存在。

因此要获得质量足够高的金属钛还是必须将氧和产物钛金属隔离,并且能将原料钛连续的提供到电解液中。现实上高纯度钛就是用海绵钛为阳极通过熔融盐(多为氯化物)电解精炼获得的,但是这些原料阳极是通过 Kroll 法获得的,也就是说这只不过是一个精炼过程而已,并没有在任何意义上达到还原提取的目的。

由于 TiC 是一种具有金属导电性能的化合物,也可作为可溶解性阳极用于熔融盐电解制备高纯钛,电解过程中钛以低价离子形式进入熔盐,并在阴极沉积得到纯钛,但阳极区残留碳严重影响电解的进行。为解决上述阳极剩碳问题,上世纪 50 年代, E. Wainer (文献: E. Wainer. Cell feed material for the production of titanium[P]. US2868703, 1959.; E. Wainer, C. Heights, O. Assignor. Production of titanium [P]. US2722509, 1955.) 以 TiC 和 TiO 为原料混合后,在 2100℃ 的高温下热处理形成 TiC 和 TiO 的固溶体 ($\text{TiC} \cdot \text{TiO}$),以此为阳极在氯化物熔融盐电解,研究发现阳极上有 CO 气体放出并且阳极区没有剩余产物(阳极泥),经过电解后可在阴极沉积获得纯钛。这里用到的 TiO 是一种类似 TiC 的金属导电性化合物,因此 TiC 和 TiO 固溶体可用于类似于金属的可溶性阳极,而且在适当的条件下阳极产物为碳氧化合物气体(CO, CO₂),而钛则以离子的形式溶入电解液中。但是 Wainer 所提的方案需要以 TiC 和 TiO 为原料,其中 TiO 不容易制备和控制,并且他所提出的固溶体熔炼是采用电弧熔炼高温(>2100℃)下完成的,显然在实际应用意义上还是存在问题。

日本研究研究人员桥本(Y. Hashimoto)以过量的碳和 TiO₂为原料混合,在电弧高温下(>1700℃)制成氧掺杂碳化钛(TiC doped by Oxygen),并以之为阳极电解,熔融盐电解阴极沉积得到纯钛(文献:桥本雍彦. Ti-C-O 合金またはを陽極とする Ti の溶融塩電解. 日本金属学会誌, 32(1968):1327-1333.; 桥本雍彦. チタンの溶融塩製錬における低品位(δ)-Ti-C-O 可溶性陽極のチタン陽極溶出. 日本金属学会誌, 35(1971): 480-486.; 桥本雍彦. アーク還元 Ti-C-O および TiC 可溶性陽極よりの Ti の抽出. 日本金属学会誌, 35(1971): 282-289.; 桥本雍彦. チタンの溶融塩電解製錬における可溶性陽極としての焼結 TiC について. 日本金属学会誌, 35(1971):487-493.; 桥本雍彦. 高純度 TiC 粉末製造に関する研究(第 1 報) -- TiO₂ の真空炭化による微粉 TiC 製造について. 粉体および粉末冶金, 17(1970):168-175.)。但是其阳极的制备过程仍然依赖于非常高温的还原条件,并没有在本质上达到低成本提取钛的目的。并且其电解实验都是以低氧的碳化钛为主的,阳极碳含量太高产生大量阳极泥,连续电解无法正常进行。

发明内容

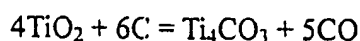
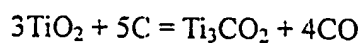
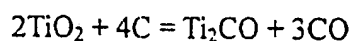
本发明的目的在于:提供一氧化钛/碳化钛可溶性固溶体阳极电解生产纯钛的方法,即一种具有金属导电性的固溶体阳极 $\text{TiO} \cdot m\text{TiC}$ (其中 $0 \leq m \leq 1$) 直接电解制备纯钛的方法。实现了低能耗制备 $\text{TiO} \cdot m\text{TiC}$ (其中 $0 \leq m \leq 1$) 固溶体可溶性阳极,并在氯化物熔盐中对之电解,阳极中所含的碳和氧结合为碳氧气体(CO、

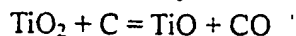
CO₂) 的形式或氧气放出, 而所含的钛以低价离子形式进入熔盐并在阴极沉积得到纯钛。

本发明以碳和二氧化钛或者以碳化钛和二氧化钛为原料, 按化学反应计量混合为粉末, 然后压制成型, 在 600℃~1600℃的温度范围内真空反应制成具有金属导电性能的 TiO·mTiC 阳极, 其中 $0 \leq m \leq 1$; 以碱金属或碱土金属的卤化物熔盐为电解液, 在 400℃~1000℃温度下电解; 电解过程中阳极所含的碳和氧形成碳氧化物气体 CO, CO₂ 或氧气放出, 同时钛以低价离子形式进入熔盐并在阴极沉积得到纯钛; 电解完成后将阴极产物常温除下, 用去离子水 5~8 次清洗出去来自电解液的氯化物; 该电解过程连续进行, 并且无阳极泥产生。具体工艺过程如下:

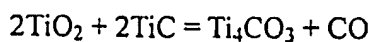
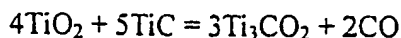
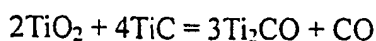
1. 以化学反应计量的碳和 TiO₂ 为原料, 以 100 kg/cm²~1000 kg/cm² 的压力成型, 成型压力优选 600 kg/cm²~1000 kg/cm²; 在 600℃~1600℃的温度范围内真空反应制成具有金属导电性能的 TiO·mTiC (其中 $0 \leq m \leq 1$) 阳极。

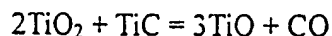
2. 以碳和二氧化钛或者以碳化钛和二氧化钛为原料分别按如下反应的化学计量比将原料均匀混合:



$$\vdots$$


或



$$\vdots$$


3. 以化学反应计量的 TiC 和 TiO₂ 为原料, 以 100kg/cm²~1000 kg/cm² 的压力成型, 成型压力优选 600 kg/cm²~1000 kg/cm²; 在 600℃~1600℃的温度范围内真空反应制成具有金属导电性能的 TiO·mTiC (其中 $0 \leq m \leq 1$) 阳极。

4. 选择碱金属或碱土金属卤化物熔盐体系, 优选氟化物或氯化物, 更优选氯化物共晶体系。

5. 以步骤 1 和 2 制备的 TiO·mTiC (其中 $0 \leq m \leq 1$) 为阳极, 选择一种金属材料作为阴极, 优选钛、碳钢、镍为阴极。

6. 以步骤 3 选用的熔盐作为电解液, 和步骤 4 选用的电极组成电解池, 在 400℃~1000℃的温度下电解。

- 7. 电解时的电流密度范围分别为：阳极， $0.05\text{A}/\text{cm}^2\sim1.00\text{A}/\text{cm}^2$ ，优选 $0.20\text{A}/\text{cm}^2\sim0.5\text{A}/\text{cm}^2$ ；阴极， $0.10\text{A}/\text{cm}^2\sim1.00\text{A}/\text{cm}^2$ ，优选 $0.10\text{A}/\text{cm}^2\sim0.4\text{A}/\text{cm}^2$ 。
- 8. 连续添加可溶性固溶体阳极，每次电解 15 小时后检查阴极产物。
- 9. 电解完成后将阴极产物常温除下，用去离子水清洗六次出去来自电解液的氯化物。

本发明的优点在于：在低于 1600°C 的条件下制备得到具有金属导电性能的阳极 $\text{TiO}\cdot\text{mTiC}$ （其中 $0\leq m\leq 1$ ）在卤化物熔盐中电解，阴极得到纯钛并且阳极区没有阳极泥产生。如此可完成连续性电解过程。

附图说明

- 图 1 为本发明实例 1 制备得到阳极材料的 X—射线衍射图。
- 图 2 为本发明实例 2 制备得到阳极材料的 X—射线衍射图。
- 图 3 为本发明实例 3 阴极产物的扫描电镜照片。
- 图 4 为本发明实例 3 阴极产物的 X—射线衍射图。
- 图 5 为本发明实例 4 阴极产物的 X—射线衍射图
- 图 6 为本发明实例 5 阴极产物的扫描电镜照片。
- 图 7 为本发明实例 6 阴极产物的扫描电镜照片。

具体实施方式

实施例 1

阳极制备

原料：碳粉，二氧化钛以如下反应化学计量比混合。



制备工艺条件（见下表）

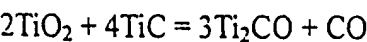
成型压力 (kg/cm^2)	热处理条件		
	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	压力 (Pa)	时间 (小时)
1000	1200	70	4

压制得到的块体热处理前面电阻为 $38\text{ 欧姆}\cdot\text{厘米}$ ，热处理后面电阻急剧降为 $0.1\text{ 欧姆}\cdot\text{厘米}$ 。对热处理后材料元素分析表明，其具有的原子配比形式应该为 Ti_2CO ，采用 X—射线衍射手段分析该材料的结构成分，其结果见附图 1，由图可见热处理后材料的结构发生明显变化，主要为具有金属导电性能的 $\text{TiC}\cdot\text{TiO}$ 固溶体。

实施例 2

阳极制备

原料：碳化钛，二氧化钛粉末以如下反应化学计量比混合。



制备工艺条件（见下表）

成型压力 (kg/cm ²)	热处理条件		
	温度 (°C)	压力 (Pa)	时间 (小时)
300	1000	60	4

压制得到的块体热处理前面电阻为 72 欧姆·厘米, 热处理后面电阻急剧降为 0.05 欧姆·厘米。采用 X—射线衍射手段分析该材料的结构成分, 其结果见附图 2, 由图可见热处理后为 TiC · TiO 固溶体。

实施例 3

以实施例 1 得到的块体材料为阳极, 碳钢为阴极, NaCl-KCl 熔盐为电解液进行电解, 具体的实施工艺见下表:

温度 (°C)	电解液类型	阳极电流密度 (A/ cm ²)	阴极电流密度 (A/cm ²)
800	NaCl-KCl	0.10	0.4

为说明阳极反应机理, 电解过程中采用气相色谱分析仪器对阳极过程生成气体进行检测, 所采用的载气为氩气, 得到各种气体的浓度见下表

实验条件	气体体积百分比浓度 (%)			
	Ar	O ₂	CO	CO ₂
未电解时	99.94	0.01	0.02	0.03
电解 20 分钟时刻	99.04	0.00	0.91	0.05

上表数据说明电解过程中在阳极产生碳氧化物气体, 并且在实验条件下以 CO 为主。电解完成后阴极沉积得到纯钛, 将其用稀盐酸 (1wt%) 洗涤后用去离子水清洗 5 次自然干燥收存, 通过法拉第定理计算得到阴极电流效率为 90%; 附图 3 实例 3 阴极产物的扫描电子显微镜照片。附图 4 实例 3 为阴极产物的 X—射线衍射图, 从图中可以看出, 阴极产物具有纯钛的晶体结构。

实施例 4

以实施例 2 得到的块体材料为阳极, 碳钢为阴极, LiCl-KCl 熔盐为电解液进行电解, 具体的实施工艺见下表:

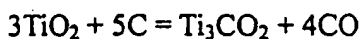
温度 (°C)	电解液类型	阳极电流密度 (A/cm ²)	阴极电流密度 (A/cm ²)
500	LiCl-KCl	0.10	0.20

电解完成后阴极得到的纯钛, 将其用稀盐酸 (1wt%) 洗涤后用去离子水清洗 8 次收存, 通过法拉第定理计算得到阴极电流效率为 85%; 附图 5 实例 4 阴极产物的扫描电子显微镜照片。

实施例 5

阳极制备

原料：碳粉，二氧化钛以如下反应化学计量比混合。



制备工艺条件（见下表）

成型压力 (kg/cm ²)	热处理条件		
	温度 (°C)	压力 (Pa)	时间 (小时)
1000	1350	70	4

压制得到的块体热处理前面电阻为 46 欧姆·厘米，热处理后面电阻急剧降为 0.07 欧姆·厘米。

以该块体材料为阳极，碳钢为阴极 NaCl-KCl 熔盐为电解液以下表的电解条件进行电解气相色谱检测阳极气体分析结果如下：

温度 (°C)	电解液类型	阳极电流密度 (A/cm ²)	阴极电流密度 (A/cm ²)
780	NaCl-KCl	0.10	0.20

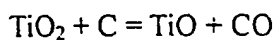
实验条件	气体体积百分比浓度 (%)			
	Ar	O ₂	CO	CO ₂
未电解时	99.95	0.01	0.01	0.03
电解 20 分钟时刻	99.38	0.01	0.03	0.58

法拉第定理计算电流效率为 89%，附图 6 实例 5 阴极产物的扫描电子显微镜照片。元素分析结果表明阴极产物中氧含量为 210 ppm。

实施例 6

阳极制备

原料：碳粉，二氧化钛以如下反应化学计量比混合。



制备工艺条件（见下表）

成型压力 (kg/cm ²)	热处理条件		
	温度 (°C)	压力 (Pa)	时间 (小时)
1000	1450	60	4

压制得到的块体热处理前面电阻为 43 欧姆·厘米，热处理后面电阻急剧降为 0.2 欧姆·厘米。

以该块体材料为阳极，碳钢为阴极，LiF-NaF-KF 熔盐为电解液以下表电解条件电解气相色谱检测阳极气体分析结果如下。

温度 (℃)	电解液类型	阳极电流密度 (A/ cm ²)	阴极电流密度 (A/cm ²)
500	LiF-NaF-KF	0.10	0.18

实验条件	气体体积百分比浓度 (%)			
	Ar	O ₂	CO	CO ₂
未电解时	99.98	0.02	0.00	0.00
电解 20 分钟时刻	99.13	0.87	0.00	0.00

法拉第定理计算电流效率为 87%，附图 7 实例 6 阴极产物的扫描电子显微镜照片。元素分析结果表明阴极产物中氧含量为 380ppm。

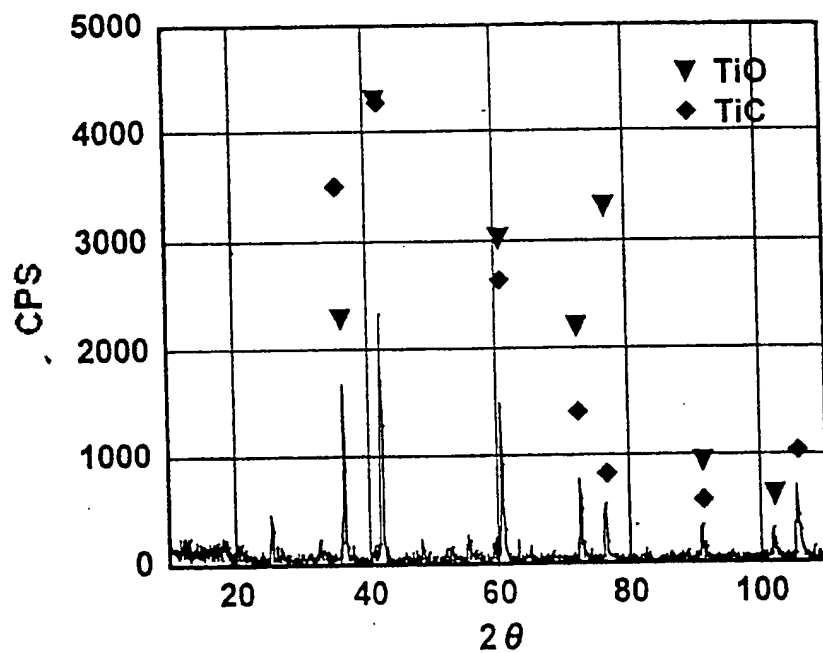


图 1

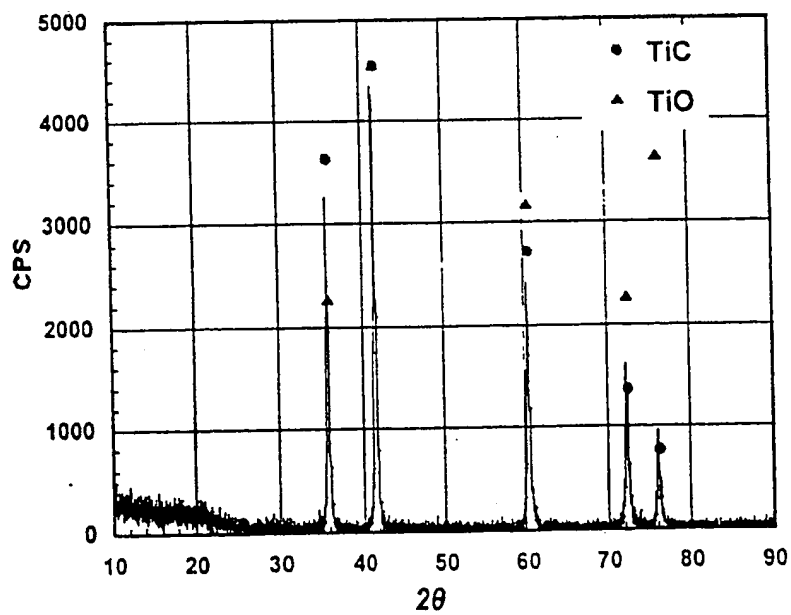


图 2

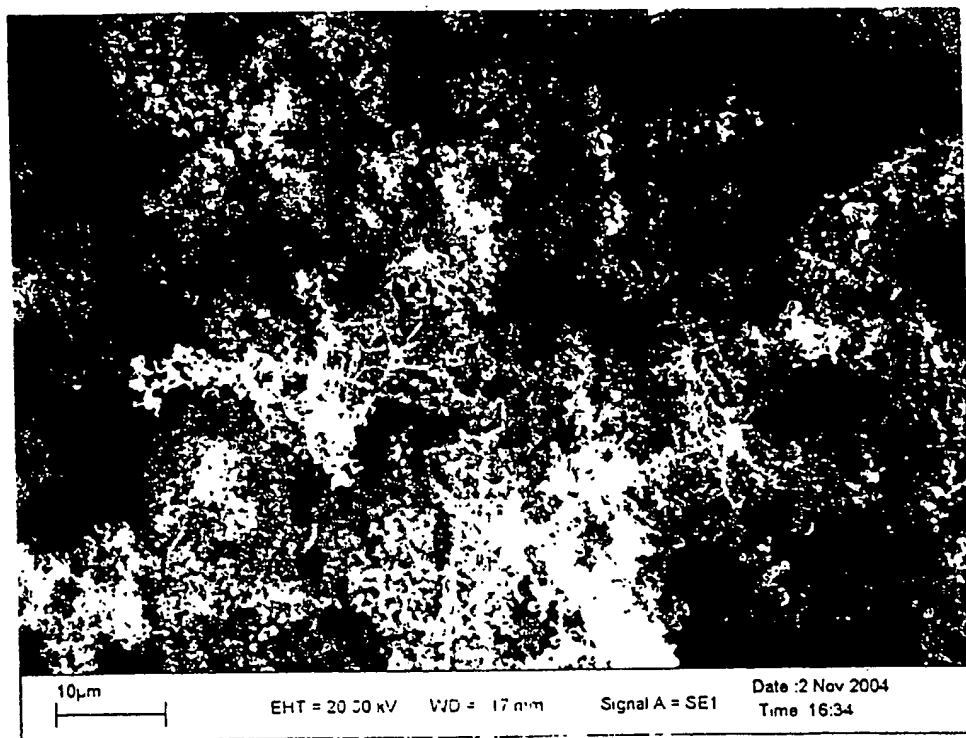


图 3

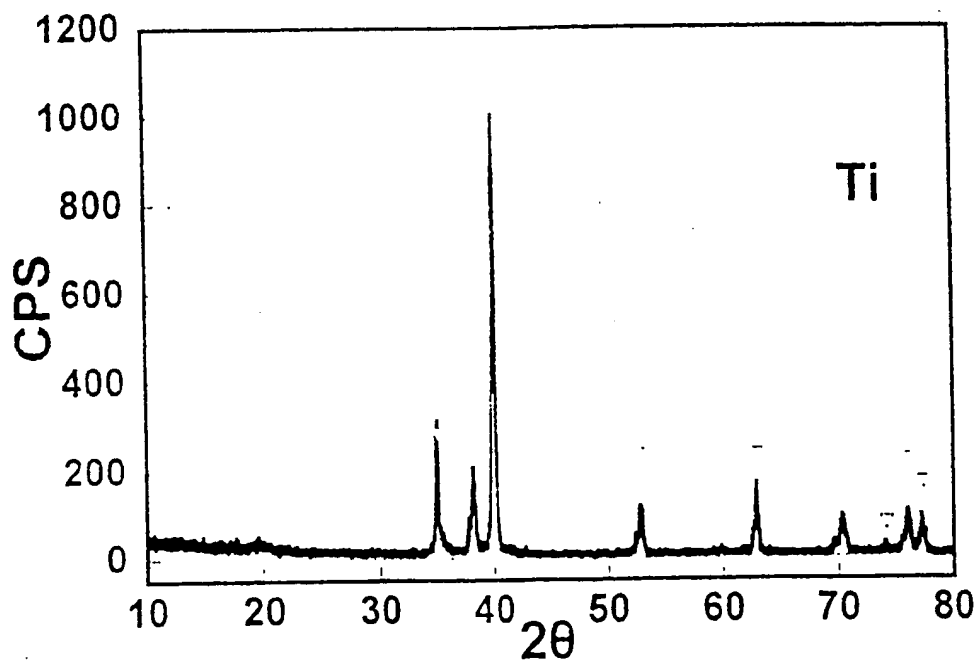


图 4

BEST AVAILABLE COPY

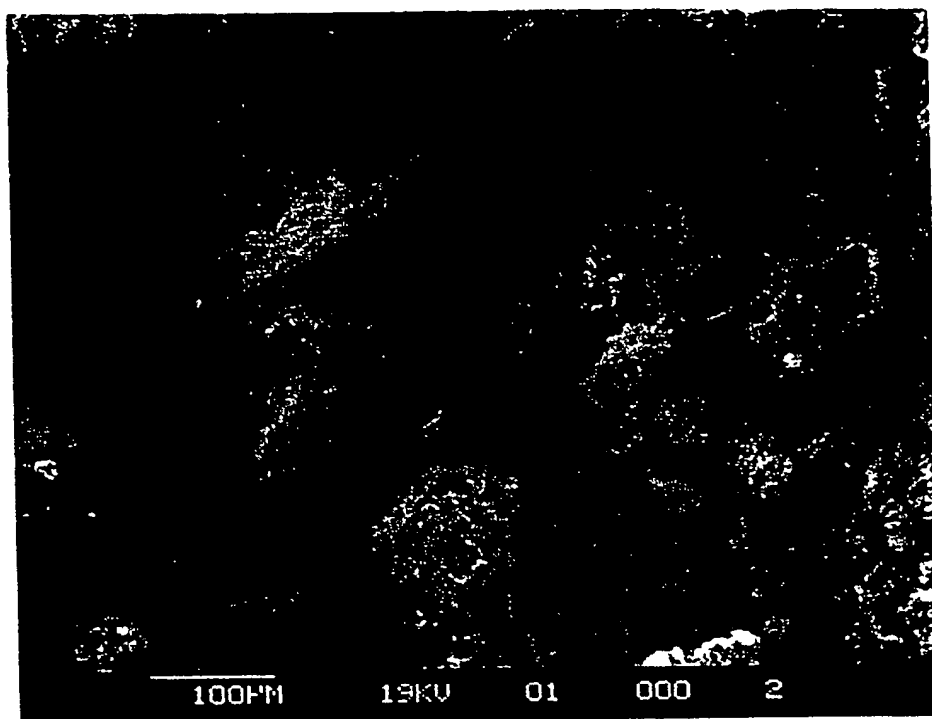


图 5

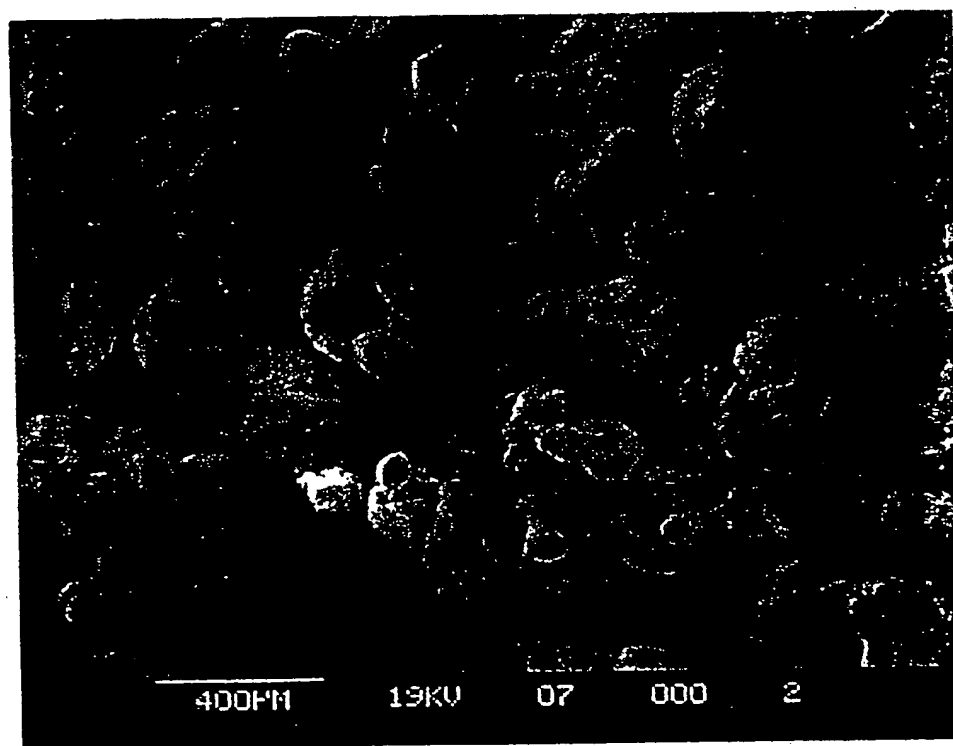


图 6

BEST AVAILABLE COPY

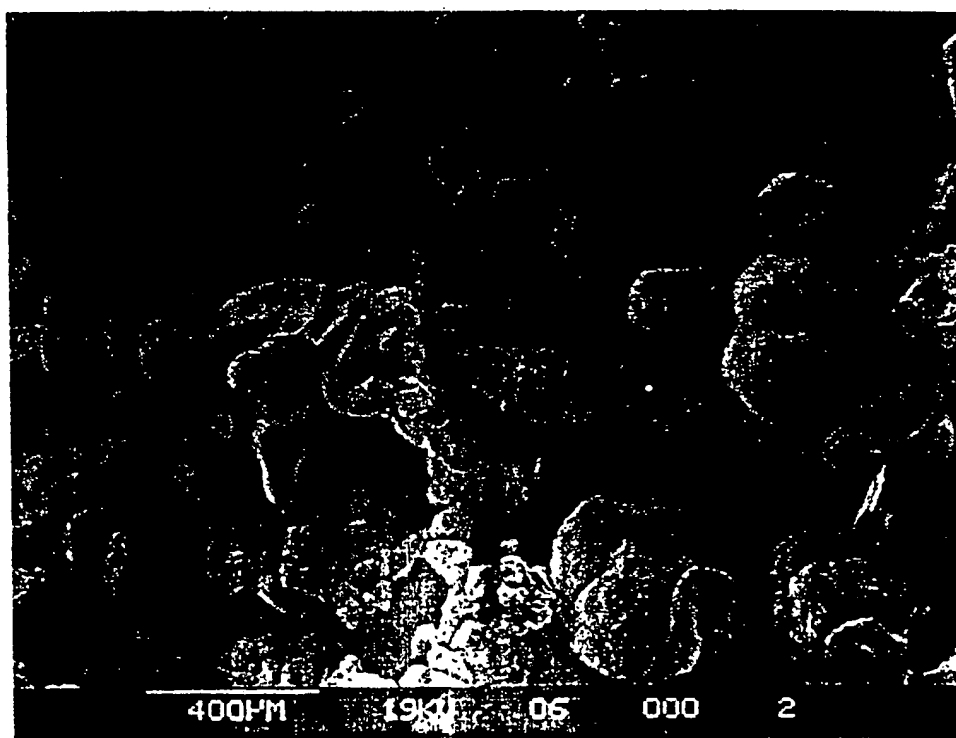


图7

REST AVAILABLE COPY